

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 102 42 741.0

Anmeldetag: 13. September 2002

Anmelder/Inhaber: NETZSCH-Gerätebau GmbH, Selb/DE

Bezeichnung: Vorrichtung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit
mittels Lichtpulsen

IPC: G 01 N 25/18

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 30. September 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Ebert

13.09.2002

- 24 -

Net 2002/03

ZUSAMMENFASSUNG

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit durch Lichtpuls-Methoden.

Eine in einem Ofen vorgeheizte Probe wird durch einen Lichtpuls mit Energie beaufschlagt. Der zeitliche Temperaturverlauf in der Probe wird mittels eines Infrarot-Sensors aufgezeichnet. Daraus lässt sich rechnerisch die Wärmeleitfähigkeit der Probe bestimmen.

Um den Einfluss des zeitlichen Verlaufs des Lichtpulses auf die Messung zu verringern, ist eine Messeinrichtung zu dessen Bestimmung vorgesehen. Eine Auswerteeinheit ermittelt daraus den korrigierten Temperaturverlauf.

13.09.2002

- 2 -

Net 2002/03

BESCHREIBUNG**Technisches Gebiet**

Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit durch Lichtpuls-Methoden.

Stand der Technik

Es sind vielfältige Vorrichtungen der Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit durch Lichtpuls-Methoden bekannt. So ist in der DE 33 17 513 C2 eine Gattungsgemäße Vorrichtung beschrieben, bei der eine Probe durch Laserpulse mit Energie beaufschlagt wird. Die Messung der von der Probe abgegebenen Infrarot-Strahlung erfolgt mittels eines Pyrometers. Um die Auswirkungen der Laserpulse auf das Messergebnis konstant zu halten, ist ein zeitlich begrenzender Kameraverschluss zwischen Laser und Probe angeordnet. Dieser Kameraverschluss sorgt zumindest für eine reproduzierbare Pulsform. Diese Vorrichtung hat jedoch den Nachteil, dass bei langen Pulsen bzw. extrem dünnen und wärmeleitfähigen Proben die Messergebnisse durch die Pulsform des Lasers verfälscht werden.

Aus der US 4,928,254 ist eine Vorrichtung und ein Verfahren zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit durch eine Lichtpuls-Methode bekannt. Darin wird eine Probe mit einer Sequenz von Lichtpulsen aus einem YAG-Laser bestrahlt. Mittels eines Sensors wird die von der Probe abgegebene Infrarot-Strahlung bestimmt. Aus dem Messergebnis wird mittels eines Computers die Wärmeleitfähig-

13.09.2002

- 3 -

Net 2002/03

keit errechnet. Ferner wird aus dem Laserstrahl ein bestimmter Anteil ausgekoppelt und einer Fotodiode zugeführt. Mit dem Signal der Fotodiode kann der Computer die Anzahl der abgegebenen Laserpulse ermitteln. Auch bei diesem Verfahren wird die Form der Laserpulse nicht berücksichtigt.

Um durch die Einflüsse der Länge der Lichtpulse keine unverhältnismäßig hohen Beeinträchtigungen des Messergebnisses zu erhalten, wird in dem europäischen Standard EN 821-2 eine maximale Dauer eines Laserpulses von 1% der Halbanstiegszeit (Zeit bis zum Erreichen von 50% des maximalen Signals) des Messsignals des Infrarotsensors angegeben.

Damit nun auch Messungen bei längeren Laserpulsen bzw. höherer Wärmeleitfähigkeit möglich sind, wird in der Fachliteratur vorgeschlagen, den Laserpuls zu approximieren und die gemessene Kurvenform des Infrarotsensors durch Faltung mit dem approximierten Laserpuls zu korrigieren. Eine Approximation wird von Larson und Koyama in Journal of Applied Physics, 38 (1967), S 465 vorgeschlagen. Hierin wird ein exponentieller Verlauf der Kurvenform des Laserpulses angenommen. Allerdings ist diese Approximation nur sehr unzureichend und mit großen Fehlern behaftet. Mit dieser Approximation ist entsprechend dem europäischen Standard EN 821-2 eine maximale Dauer eines Laserpulses von 10% der Halbanstiegszeit des Messsignals des Infrarotsensors realisierbar. In einem darüber hinausgehenden Bereich sind derzeit keine Messungen möglich.

13.09.2002

- 4 -

Net 2002/03

Darstellung der Erfindung

Es stellt sich die Aufgabe, eine Vorrichtung bzw. ein Verfahren zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit mittels Lichtpuls-Methoden derart weiterzubilden, dass auch bei relativ langen Lichtpulsen sowie extrem dünnen Proben und bzw. extrem hoher Wärmeleitfähigkeit Messungen möglich sind. Dies betrifft insbesondere den Bereich in dem die maximale Dauer eines Laserpulses von 10% der Anstiegszeit des Messsignals des Infrarotsensors übersteigt.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß mit den in den unabhängigen Ansprüchen angegebenen Mitteln gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind Gegenstand der abhängigen weiteren Ansprüche.

Eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit einer Probe (1) weist einen Ofen (2) zur Erwärmung der Probe auf eine vorgewählte Temperatur auf. Weiterhin ist eine Strahlungsquelle bzw. Lichtquelle (5), vorzugsweise ein Laser, oder eine Blitzlampe zur Aussendung von Strahlung (3) zur Erwärmung der Probe vorgesehen. Ebenso kann anstelle von Licht auch eine andere Art elektromagnetischer Strahlung abgegeben werden. Die Strahlung wird vorzugsweise in Form von kurzen Pulsen abgegeben. Die von der Probe absorbierte Energie führt zur Erwärmung der Probe. Entsprechend ändert sich die von der Probe emittierte Infrarotstrahlung (4). Diese wird mittels eines Infrarot-Sensors (6) im zeitlichen Verlauf erfasst. Das Signal des Infrarot-

13.09.2002

- 5 -

Net 2002/03

Sensors (6) wird mittels eines Signalverstärkers (12) einer Auswerteeinheit (13) zugeführt. Diese Auswerteeinheit ist derart gestaltet, dass sie aus dem zeitlichen Verlauf des Sensorssignals die Wärmeleitfähigkeit der Probe ermittelt. Um das Messergebnis von Verfälschungen durch den zeitlichen Verlauf des Lichtpulses zu bereinigen ist eine Vorrichtung zur Messung des zeitlichen Verlaufes des Lichtpulses vorgesehen. Diese umfasst ein Auskoppelement (7), wie beispielsweise einen halbdurchlässigen Spiegel, welcher als Referenzstrahlung (8) einen vorgegebenen Anteil der Strahlung der Lichtquelle (5) auskoppelt und einem Sensor (9) zur Messung der Laserstrahlung zuführt. Dieser Messwert wird der Auswerteeinheit (13) zur Erfassung des Zeitverlaufs des Lichtpulses zugeführt. Um eine hinreichende Auflösung des Sensors zu erreichen, muss dieser erfindungsgemäß eine Bandbreite, welche wesentlich größer als der reziproke Wert der Pulsdauer des Strahlungspulses ist, aufweisen. Bevorzugt ist die Bandbreite um mehr als den Faktor 10 größer als der reziproke Wert der Pulsdauer. Die Erfassung des Zeitverlaufs des Strahlungspulses erfolgt zweckmäßigerweise durch Digitalisierung und Speicherung der Messwerte. Die Abtastrate ist hier so zu wählen, dass eine hinreichende Anzahl von Messwerten über die Dauer des Strahlungspulses, vorzugsweise mindestens zehn Messwerte ermittelt werden. Zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit ist die Auswerteeinheit derart ausgelegt, dass sie zunächst das vom Infrarot-Sensor (6) gemessene Signal mit dem Signal des Sensors (9) zur Messung der Laserstrahlung korrigiert.

13.09.2002

- 6 -

Net 2002/03

Versuche haben gezeigt, dass mit einer solchen Korrektur das Verhältnis der Pulslänge des Laserpulses zur Halbanstiegszeit des Messsignals bis zu einem Wert von 0.75 ausgedehnt werden kann. Damit kann der Messbereich gegenüber einer Korrektur entsprechend dem Standard EN 821-2 um mehr als den Faktor 7 vergrößert werden.

Durch eine derartige erfindungsgemäße Korrektur ist es nun erstmals auch möglich, mehrschichtige Proben mit hoher Genauigkeit zu vermessen.

Anstelle des Ofens (1) kann selbstverständlich auch eine Vorrichtung zur Kühlung der Probe vorgesehen sein. Zur Vereinfachung der Darstellung wird in diesem Dokument auf den Begriff Ofen Bezug genommen, da dieser in den meisten Anwendungen tatsächlich vorhanden ist. Die Funktion eines solchen Ofens ist es aber, die Temperatur im Umfeld in der Probe auf einem vorgegebenen Wert konstant zu halten.

In einer besonders vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung ist die Auswerteeinheit (13) zur Korrektur des vom Infrarot-Sensor (6) gemessenen Signals mit dem Signal des Sensors (9) zur Messung der Laserstrahlung durch Faltung ausgebildet. Vorzugsweise erfolgt hierdurch die Normierung auf ein entsprechendes Vergleichssignal, das sich auf eine Anregung durch einen idealen Laserpuls in Form eines Dirac - Pulses bezieht.

In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung weist die Auswerteeinheit (13) eine Ausbildung zur abschnittsweisen Approximation des Laserpulses

13.09.2002

- 7 -

Net 2002/03

auf. Hierbei wird der Laserpuls in wenigstens zwei Abschnitten mittels Exponentialfunktionen approximiert. Bei typischen Laserpulsen kann der Verlauf in die folgenden Abschnitte eingeteilt werden:

- (a) einen schnell ansteigenden Startbereich
- (b) ein im allgemeinen leicht abfallendes Plateau und
- (c) einen schnellen Abfall nach Abschalten des Pumplichtes.

Entsprechend der Kurvenform bzw. der relativen Dauer des Laserpulses in Bezug auf die Anstiegs- und Abfallzeiten kann dieser Vorteilhafterweise durch Beschreibung der Abschnitte (a), (b), (c) oder im Falle kurzer Laserpulse ausschließlich durch Beschreibung der Abschnitte (a) und (b) approximiert werden. Selbstverständlich kann bei besonders komplexen Pulssformen ein Laserpulse auch durch die Aufteilung in weiterer Abschnitte approximiert werden.

Eine weitere Ausbildung der Auswerteeinheit (13) besteht darin, dass zur Approximation der Intensität des Laserpulses $I_1(t)$ während der schnell ansteigenden Flanke die Formel

$$I_1(t) = A \cdot [1 - \exp\{-(t - \text{Delay})/\tau_1\}]$$

mit

A : Skalierungsfaktor

Delay : zeitliche Verzögerung des Startpunktes der ansteigenden Flanke bezogen auf einen zeitlichen Nullpunkt

τ_1 : Zeitkonstante des Anstiegs als Funktion der Zeit t verwendet wird. Die Variablen dieser Funktion und der nachfolgend beschriebenen Funktionen werden aus den Messwerten des Signals des

13.09.2002

- 8 -

Net 2002/03

Sensors (9), zur Messung der Laserstrahlung ermittelt.

Im allgemeinen werden bereits mit dieser eintermigen Formel gute Ergebnisse erreicht.

Eine Verbesserung der Ergebnisse lässt sich allerdings durch Anwendung der folgenden Formel für $I_1(t)$ erreichen:

$$I_1(t) = A \cdot \left[1 - \frac{\tau_{12}}{\tau_{12} - \tau_{11}} \cdot \exp\{-(t - \text{Delay})/\tau_{12}\} + \frac{\tau_{11}}{\tau_{12} - \tau_{11}} \cdot \exp\{-(t - \text{Delay})/\tau_{11}\} \right]$$

mit

Delay : zeitliche Verzögerung des Startpunktes der ansteigenden Flanke bezogen auf einen zeitlichen Nullpunkt

τ_{11} : erste Zeitkonstante des Anstiegs

τ_{12} : zweite Zeitkonstante des Anstiegs

Eine weitere Ausbildung der Auswerteeinheit (13) besteht darin, dass zur Approximation der Intensität des Laserpulses $I_2(t)$ während des im allgemeinen leicht abfallenden Plateaus die Formel

$$I_2(t) = I_1(t) \cdot \exp\{-(t - \text{Delay})/\tau_2\}$$

mit

$I_1(t)$: Formel zur Beschreibung der Intensität des Laserpulses während der ansteigenden Flanke

Delay : zeitliche Verzögerung des Startpunktes der ansteigenden Flanke bezogen auf einen zeitlichen Nullpunkt

τ_2 : Zeitkonstante des Anstiegs

als Funktion der Zeit t verwendet wird. $I_1(t)$ ist ein beliebiger Ausdruck zur Beschreibung des vorhergehenden

13.09.2002

- 9 -

Net 2002/03

Verlaufs der Intensität des Laserpulses. Bevorzugt ist hier eine der vorhergehenden Formeln einzusetzen.

Eine weitere Ausbildung der Auswerteeinheit (13) besteht darin, dass zur Approximation der Intensität des Laserpulses $I_2(t)$ während der schnell abfallenden Flanke nach Abschalten des Pumplichtes die Formel

$$I_3(t) = I_2(t = \text{Delay} + t_e) \cdot \exp\{-(t - \text{Delay} - t_e)/\tau_3\}$$

mit

$I_2(t)$: Formel zur Beschreibung des vorhergehenden Verlaufs der Intensität des Laserpulses

Delay : zeitliche Verzögerung des Startpunktes der ansteigenden Flanke bezogen auf einen zeitlichen Nullpunkt

t_e : Zeitdifferenz zwischen dem Beginn der abfallenden Flanke und dem Beginn der ansteigenden Flanke

τ_3 : Zeitkonstante der abfallenden Flanke

als Funktion der Zeit t verwendet wird. $I_2(t)$ ist ein beliebiger Ausdruck zur Beschreibung des vorhergehenden Verlaufs der Intensität des Laserpulses sein. Bevorzugt ist hier eine der vorhergehenden Formeln einzusetzen.

Eine Verbesserung der Ergebnisse lässt sich hier durch Anwendung der folgenden Formel für $I_3(t)$ erreichen:

$$I_3(t) = I_2(t = \text{Delay} + t_e)$$

$$\cdot \left[\frac{\tau_{32}}{\tau_{32} - \tau_{31}} \cdot \exp\{-(t - \text{Delay} - t_e)/\tau_{32}\} - \frac{\tau_{31}}{\tau_{32} - \tau_{31}} \cdot \exp\{-(t - \text{Delay} - t_e)/\tau_{31}\} \right]$$

mit

13.09.2002

- 10 -

Net 2002/03

$I_2(t)$: Formel zur Beschreibung des vorhergehenden Verlaufs der Intensität des Laserpulses
Delay : zeitliche Verzögerung des Startpunktes der ansteigenden Flanke bezogen auf einen zeitlichen Nullpunkt
 t_t : zeitdifferenz zwischen dem Beginn der abfallenden Flanke und dem Beginn der ansteigenden Flanke
 τ_{31} : erste Zeitkonstante der abfallenden Flanke
 τ_{32} : zweite Zeitkonstante der abfallenden Flanke

$I_2(t)$ ist ein beliebiger Ausdruck zur Beschreibung des vorhergehenden Verlaufs der Intensität des Laserpulses. Bevorzugt ist hier eine der vorhergehenden Formeln einzusetzen.

In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung ist die Auswerteeinheit (13) zur Bestimmung der Zeitdifferenz *Delay* zwischen dem nominalen zeitlichen Nullpunkt und dem Startpunkt des Lichtpulses ausgelegt. Da der genaue Startzeitpunkt des Laserpulses nicht exakt vorhersagbar ist, wird die Aufzeichnung der Messwerte des Infrarotsensors und der Referenzstrahlung eine bestimmte Zeit nach dem Beginn des Pumpens des Lasers gestartet. Der exakte Startpunkt des Lichtimpulses kann wahlweise aus den Messwerten des Infrarotsensors bzw. der Referenzstrahlung bestimmt werden.

Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung sieht vor, dass die Auswerteeinheit (13) derart ausgestaltet ist, so dass sie zur Ermittlung der Wärmeübertragungsfunktion $R(t)$ Approximationen des Lichtimpulses bei der

13.09.2002

- 11 -

Net 2002/03

Faltung mit Modellfunktionen $E(t)$ für den Wärmetransport verwendet.

$$R(t) = \int_0^t I(s) \cdot E(t-s) ds$$

mit

$I(t)$: Impulsprofil des Laserpulses

$E(t)$: Modellfunktion für den Wärmetransport

Aus der Wärmeübertragungsfunktion $R(t)$ kann dann die Wärmeleitfähigkeit ermittelt werden. Zur Beschreibung der Funktion für das Impulsprofil $I(t)$ des Laserpulses werden eine oder mehrere der zuvor beschriebenen Approximationen eingesetzt.

In einer weiteren vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung ist die Auswerteeinheit (13) zu Faltung des Lichtimpulses mit einer Modellfunktion unter Anwendung der Cowan-Näherung ausgebildet. Die Näherung von Cowan, veröffentlicht in Journal of Applied Physics 34 (1963), S 926 - der Inhalt dieser Veröffentlichung ist Bestandteil dieses Dokuments - liegt die folgende Gleichung für den Wärmetransport $E(t)$ als Funktion der Zeit t zugrunde:

$$E(t) \approx \exp\left(-\frac{k\alpha}{l^2}t\right) \cdot \left[1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-cn^2\pi^2}{l^2}t\right)\right]$$

mit

k : Koeffizient, der die Wärmeverluste beschreibt

α : Temperaturleitfähigkeit

l : Dicke der Probe

Die hier angegebene Näherung geht zunächst von einer rechteckigen Form des Laserpulses aus. Zusammen mit den

13.09.2002

- 12 -

Net 2002/03

zuvor beschriebenen Approximationen für die Form des Laserpulses lässt sich eine erhöhte Genauigkeit erreichen.

Eine andere Ausgestaltung der Auswerteeinheit (13) besteht in einer Auslegung derselben für transluzente Materialien unter Anwendung einer von Mehling et al. in International Journal of Thermophysics 19 (1998) S 941 - der Inhalt dieser Veröffentlichung ist Bestandteil dieses Dokuments - vorgeschlagenen Lösung für den Wärmetransport:

$$E(t) = 2T_\infty \sum_{n=1}^{\infty} l \beta_n \exp(\alpha \beta_n t) \frac{l \beta_n \cos(l \beta_n t) + l h \sin(l \beta_n t)}{l^2 (\beta_n^2 + h^2) + 2 l h}$$

mit

T_∞ : Probentemperatur im thermischen Gleichgewicht

l : Dicke der Probe

β_n : die positiven Wurzeln der Gleichung

$$\tan(l \beta_n) = \frac{2 h \beta_n}{\beta_n^2 - h^2}$$

$$\beta_1 = 0$$

h : Strahlungsverluste der Probe mit

$$h = \frac{4 \sigma \epsilon T_{\text{sur}}^3}{\kappa}$$

mit

σ : Boltzmann-Konstante

ϵ : Emissionskonstante der Probe

T_{sur} : Umgebungstemperatur

κ : thermische Leitfähigkeitskonstante

Bei Temperaturdifferenzen zwischen Vorder- und Rückseite der Probe, welche kleiner als die Probentemperatur sind, nimmt h die folgenden Werte an :

13.09.2002

- 13 -

Net 2002/03

$$h = \begin{cases} h & \text{für gerade } n \\ h(1+2\eta) & \text{für ungerade } n \end{cases}$$

mit

η : Parameter zur Charakterisierung der Transparenz der Probe

Mit zusätzlicher Modellierung der Wärmeverluste analog dem Vorschlag von Cowan ergibt sich die folgende Gleichung:

$$E(t) = 2T_\infty \exp(-k\alpha t/l^2) \sum_{n=1}^{\infty} l\beta_n \exp(-\alpha\beta_n t) \frac{l\beta_n \cos(l\beta_n t) + lh \sin(l\beta_n t)}{l^2(\beta_n^2 + h^2) + 2lh}$$

Eine andere Ausgestaltung der Auswerteeinheit (13) besteht in einer Auslegung der Auswerteeinheit zur Anwendung einer von Cape und Lehmann in Journal of Applied Physics 34 (1963) S 1909 - der Inhalt dieser Veröffentlichung ist Bestandteil dieses Dokuments - veröffentlichten Lösung für den Wärmetransport $E(r,t)$. Diese berücksichtigt neben den Wärmeverlusten über die Stirn- und Rückseite (faziale Wärmeverluste) auch die Wärmeverluste über die Zylinderwanderung (radiale Wärmeverluste).

$$E(r,t) = \sum_{m=0}^{\infty} C_m X_m \sum_{i=0}^{\infty} D_i(r, Y_r) \int_0^t J(s) \exp\left(-\frac{\alpha\pi^2}{l^2} \omega_{im}(t-s)\right) ds$$

mit

$$C_m = \frac{(-1)^m (2a/l) X_m}{X_m^2 + 2Y_X + Y_X^2}$$

$$D_i(r, Y_r) = \frac{2Y_r}{Y_r^2 + z_i^2} \cdot \frac{J_0(z_i \cdot (r/r_0))}{J_0(z_i)}$$

$$\omega_{im} = (l/\pi)^2 (X_m^2/l^2 + z_i^2/r_0^2)$$

X_m : Wurzeln der Gleichung $(X_m^2 - Y_X^2) \tan X_m = 2X_m Y_X$

13.09.2002

- 14 -

Net 2002/03

z_i : Wurzeln der Gleichung $Y_r \cdot J_0(z_i) = z_i \cdot J_1(z_i)$
 Y_x : Fazialer Wärmeverlust
 Y_r : Radialer Wärmeverlust
 J_k : Besselfunktion der Ordnung k
 r : Abstand vom Zentrum
 r_0 : Durchmesser der Probe
 l : Dicke der Probe

Eine weitere Ausgestaltung der Auswerteeinheit (13) besteht in einer Auslegung der Auswerteeinheit zur Anwendung einer Modellfunktion für die Wärmeübertragung bei Mehrfachschichten, bevorzugt Doppelschichten bzw. Dreifachschichten. Hierbei darf maximal die Wärmeleitfähigkeit einer Schicht unbekannt sein.

Eine weitere Ausgestaltung der Auswerteeinheit (13) besteht in einer Auslegung der Auswerteeinheit zur Anwendung einer Modellfunktion für die Wärmeübertragung mit thermischem Widerstand bei Mehrfachschichten, bevorzugt Doppelschichten bzw. Dreifachschichten.

Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung sieht eine Auswerteeinheit vor, welche zur Durchführung der Faltung mittels Division der spektraltransformierten Messwerte mit den spektraltransformierten Referenzwerten und anschließender Rücktransformation ausgelegt ist. Geeignete Spektraltransformationen sind beispielsweise die Fourier - Transformation oder auch die Laplace - Transformation.

13.09.2002

- 15 -

Net 2002/03

Beschreibung d r z i c h n u n g n

Die Erfindung wird nachstehend ohne Beschränkung des allgemeinen Erfindungsgedankens anhand von Ausführungsbeispielen unter Bezugnahme auf die Zeichnungen exemplarisch beschrieben.

Fig. 1 zeigt in allgemeiner Form schematisch eine erfindungsgemäße Vorrichtung.

Fig. 2 zeigt einen typischen Laserpuls größerer Länge.

Fig. 3 zeigt einen typischen Laserpuls mittlerer Länge.

Fig. 4 zeigt einen typischen Laserpuls kleinerer Länge.

In der Fig. 1 ist eine erfindungsgemäße Vorrichtung beispielhaft abgebildet. Eine Probe (1) wird in einem Ofen (2) auf eine vorgewählte Temperatur erwärmt. Zur Messung der Wärmeleitfähigkeit bei dieser Temperatur wird die Probe durch Licht (3) in Form von kurzen Pulsen zur Erwärmung der Probe von einer leistungsfähigen Lichtquelle (5) mit Energie beaufschlagt. Die von der Probe absorbierte Energie führt zu ihrer Erwärmung. Entsprechend ändert sich die von der Probe emittierte Infrarotstrahlung (4). Diese wird mittels eines Infrarot-Sensors (6) im zeitlichen Verlauf erfasst. Das Signal des Infrarot-Sensors (6) wird mittels eines Signalverstärkers (12) einer Auswerteeinheit (13) zugeführt. Diese Auswerteeinheit ist derart gestaltet, dass sie aus dem zeitlichen Verlauf des Sensorssignals die Wärmeleitfähigkeit der Probe ermittelt. Um das

13.09.2002

- 16 -

Net 2002/03

Messergebnis von Verfälschungen durch den zeitlichen Verlauf des Lichtpulses zu bereinigen, ist eine Vorrichtung zur Messung des zeitlichen Verlauf des Lichtpulses vorgesehen. Diese umfasst ein Auskoppelement (7), wie beispielsweise einen halbdurchlässigen Spiegel, welcher als Referenzstrahlung (8) einen vorgegebenen Anteil der Strahlung der Lichtquelle (5) auskoppelt und einem Sensor (9) zur Messung der Laserstrahlung zuführt. Dieser Messwert wird der Auswerteeinheit (13) zur Erfassung des Zeitverlaufs des Lichtpulses zugeführt. Die Auswerteeinheit korrigiert das vom Infrarotsensor (6) ermittelte Signal durch Faltung mit dem vom Sensor (9) zur Messung der Laserstrahlung ermittelten Signal. Zur Anzeige des Ergebnisses ist eine Anzeigeeinheit (14) vorgesehen.

In Fig. 2 ist ein typischer Laserpuls größerer Länge dargestellt. Auf der horizontale Achse ist die Zeit in der Einheit ms aufgetragen. Die vertikale Achse gibt die Intensität des Pulses im normierten Einheiten an. Der dargestellte Laserpuls hat eine nominale Pulsdauer von 1.0 ms. Bei diesem Puls sind drei Bereiche erkennbar. Er weist

- (a) einen schnell ansteigenden Startbereich
- (b) ein im allgemeinen leicht abfallendes Plateau und
- (c) einen schnellen Abfall nach Abschalten des Pumplichtes auf.

Diese Bereiche werden nun durch individuelle Funktionen approximiert.

In Fig. 3 ist ein typischer Laserpuls mittlerer Länge dargestellt. Auf der horizontale Achse ist die zeit in

13.09.2002

- 17 -

Net 2002/03

der Einheit ms aufgetragen. Die vertikale Achse gibt die Intensität des Pulses im normierten Einheiten an. Der dargestellte Laserpuls hat eine nominale Pulsdauer von 0.5 ms. Bei diesem Puls sind nur noch zwei Bereiche (a) und (c) erkennbar. Dieser Puls kann vorteilhaftweise in zwei Stücken approximiert werden.

In Fig. 4 ist ein typischer Laserpuls kurzer Länge dargestellt. Auf der horizontale Achse ist die Zeit in der Einheit ms aufgetragen. Die vertikale Achse gibt die Intensität des Pulses im normierten Einheiten an. Der dargestellte Laserpuls hat eine nominale Pulsdauer von 0.2 ms. Bei diesem Puls sind nur noch zwei Bereiche (a) und (c) erkennbar. Dieser Puls kann vorteilhaftweise in zwei Stücken approximiert werden.

Fig. 5 zeigt eine Pulsform, welche mit der von Larson und Koyoma vorgeschlagenen Näherung approximiert wurde. Es ist offensichtlich, dass diese Näherung die realen Laserpulse, wie sie in den Figuren 3, 4 und 5 dargestellt sind, nur unzureichend wiedergibt. Die Skalierung der horizontalen sowie vertikalen Achse erfolgt in relativen Einheiten.

13.09.2002

- 18 -

Net 2002/03

Bezugszeichenliste

- 1 Probe
- 2 Ofen
- 3 Strahlung zur Erwärmung der Probe
- 4 infrarote Strahlung von der Probe
- 5 Strahlungsquelle
- 6 Infrarot-Sensor
- 7 Auskoppelement
- 8 Referenzstrahlung
- 9 Sensor zur Messung der Referenzstrahlung
- 10 Laser-Leistungseinheit
- 11 Ofen-Leistungseinheit
- 12 Signalverstärker
- 13 Auswerteeinheit
- 14 Anzeigeeinheit

13.09.2002

- 19 -

Net 2002/03

PATENTANSPRÜCHE

- 1) Vorrichtung zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit einer Probe (1) durch Lichtpuls-Methoden umfassend
 - einen Ofen (2) zur Erwärmung der Probe auf eine vorgegebene Temperatur,
 - eine Strahlungsquelle (5) zur Abgabe energiereicher Strahlung (3) in Form von Pulsen auf die Probe zur Erwärmung der Probe,
 - einen Infrarot-Sensor (6) zur zeitlichen Erfassung der von der Probe abgegebenen Infraroten Strahlung (4),
 - ein Auskoppelement (7) zur Auskopplung von Referenzstrahlung (8) aus dem Strahl der Strahlungsquelle (5),
 - einem Sensor (9) zur Messung der Referenzstrahlung (8), sowie
 - eine Auswerteeinheit (13) zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit der Probe (1) durch Auswertung der Signale des Infrarot-Sensors (6) dadurch **gekennzeichnet**, dass der Sensor (9) zur Messung der Referenzstrahlung eine Bandbreite aufweist, welche wesentlich größer als der reziproke Wert der Pulsdauer der Strahlungsquelle ist, und die Auswerteeinheit (13) derart ausgelegt ist, dass sie die Wärmeleitfähigkeit aus den Signalen des Infrarot-Sensors (6) ermittelt, welche unter Zuhilfenahme der Messsignale des Sensors (9) korrigiert werden.

13.09.2002

- 20 -

Net 2002/03

- 2) Vorrichtung nach Anspruch 1,
dadurch **gekennzeichnet**, dass
die Auswerteeinheit (13) zur Korrektur der Signale
des Infrarot-Sensors (6) umfassend eine Faltung
mit den Messsignalen des Sensors (9) ausgebildet
ist.
- 3) Vorrichtung nach Anspruch 2,
dadurch **gekennzeichnet**, dass
die Auswerteeinheit (13) zur Faltung mittels einer
abschnittsweisen Approximation des Laserpulses in
wenigstens zwei Abschnitten durch Exponentialfunk-
tionen ausgebildet ist.
- 4) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprü-
che,
dadurch **gekennzeichnet**, dass
die Auswerteeinheit (13) zur Approximation der
schnell ansteigenden Flanke des Laserpulses durch
die Formel
$$I_1(t) = A \cdot [1 - \exp\{-(t - Delay)/\tau_1\}]$$

ausgebildet ist.
- 5) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprü-
che,
dadurch **gekennzeichnet**, dass
die Auswerteeinheit (13) zur Approximation der
schnell ansteigenden Flanke des Laserpulses durch
die Formel
$$I_1(t) = A \cdot \left[1 - \frac{\tau_{12}}{\tau_{12} - \tau_{11}} \cdot \exp\{-(t - Delay)/\tau_{12}\} + \frac{\tau_{11}}{\tau_{12} - \tau_{11}} \cdot \exp\{-(t - Delay)/\tau_{11}\} \right]$$

ausgebildet ist.

13.09.2002

- 21 -

Net 2002/03

6) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Approximation des mittleren Plateaus des Laserpulses durch die Formel

$$I_2(t) = I_1(t) \cdot \exp\{-(t - \text{Delay})/\tau_2\}$$

ausgebildet ist:

7) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Approximation des schnellen Abfalls der Laserstrahlung nach Abschalten des Pumplichtes durch die Formel

$$I_3(t) = I_2(t = \text{Delay} + t_e) \cdot \exp\{-(t - \text{Delay} - t_e)/\tau_3\}$$

ausgebildet ist.

8) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch **gekennzeichnet**, dass

die Auswerteeinheit (13) zur Approximation des schnellen Abfalls der Laserstrahlung nach Abschalten des Pumplichtes durch die Formel

$$I_3(t) = I_2(t = \text{Delay} + t_e) \cdot$$

$$\left[\frac{\tau_{32}}{\tau_{32} - \tau_{31}} \cdot \exp\{-(t - \text{Delay} - t_e)/\tau_{32}\} - \frac{\tau_{31}}{\tau_{32} - \tau_{31}} \cdot \exp\{-(t - \text{Delay} - t_e)/\tau_{31}\} \right]$$

ausgebildet ist.

9) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

13.09.2002

- 22 -

Net 2002/03

dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Bestimmung der Zeitdifferenz *Delay* zwischen dem nominalen zeitlichen Nullpunkt und dem Startpunkt des Lichtpulses ausgebildet ist.

- 10) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) derart ausgestaltet ist, so dass sie Approximationen des Lichtimpulses bei der Faltung mit Modellfunktionen für den Wärmetransport zugrundegelegt.
- 11) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Faltung des Lichtimpulses mittels einer Modellfunktion für den Wärmetransport unter Anwendung der Cowan-Näherung ausgelegt ist.
- 12) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Faltung des Lichtimpulses mittels einer Modellfunktion für den Wärmetransport für transluzente Materialien ausgelegt ist.
- 13) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

13.09.2002

- 23 -

Net 2002/03

dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Faltung des Lichtimpulses mittels einer Modellfunktion für den Wärmetransport mittels der Cape-Lehmann-Lösung ausgelegt ist.

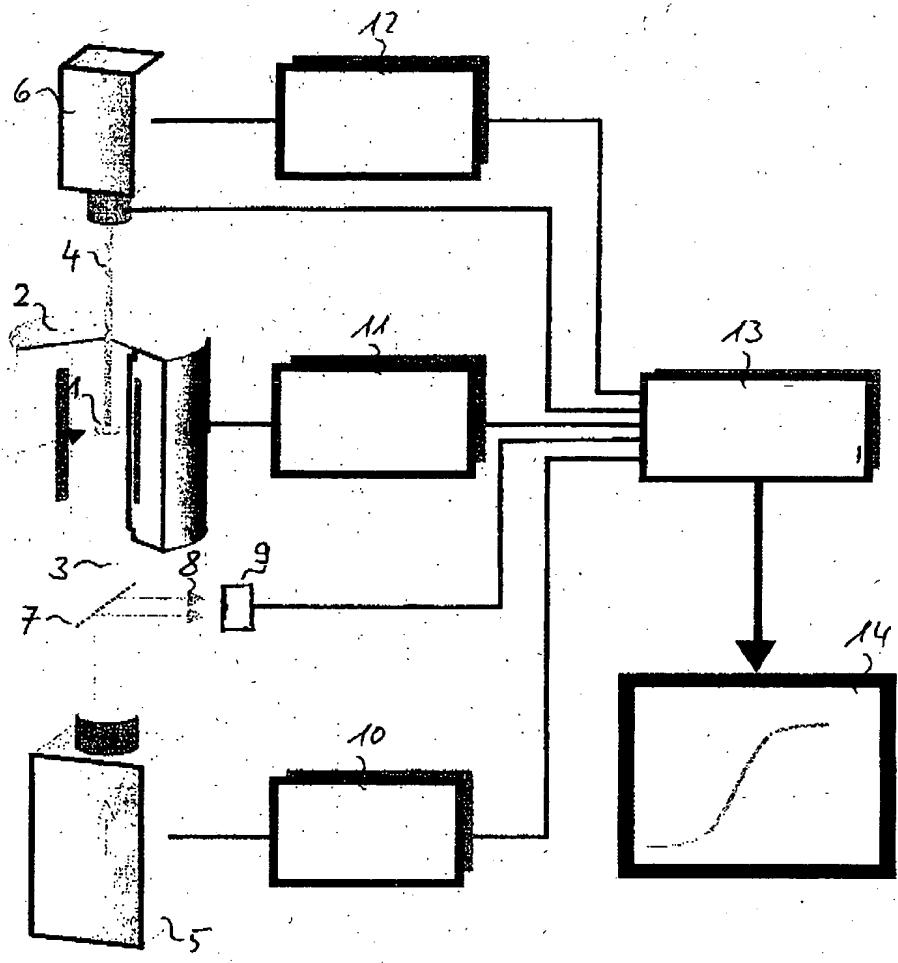
- 14) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Faltung des Lichtimpulses mittels einer Modellfunktion den Wärmetransport bei Mehrfachschichten, bevorzugt für Doppelschichten oder Dreifachschichten ausgelegt ist.
- 15) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Faltung des Lichtimpulses mittels einer Modellfunktion für den Wärmetransport für Mehrfachschichten mit thermischem Widerstand ausgelegt ist.
- 16) Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch **gekennzeichnet**, dass die Auswerteeinheit (13) zur Durchführung der Faltung mittels Division der spektraltransformierten Messwerte und der spektraltransformierten Referenzwerte sowie anschließender Rücktransformation ausgelegt ist.

13.09.2002

- 1 -

Net 2002/03

Fig. 1.



13.09.2002

- 2 -

Net 2002/03

Fig. 2

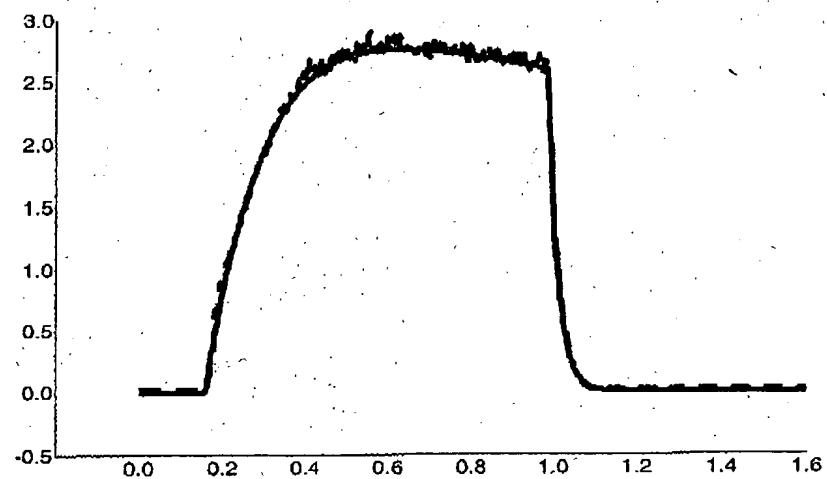
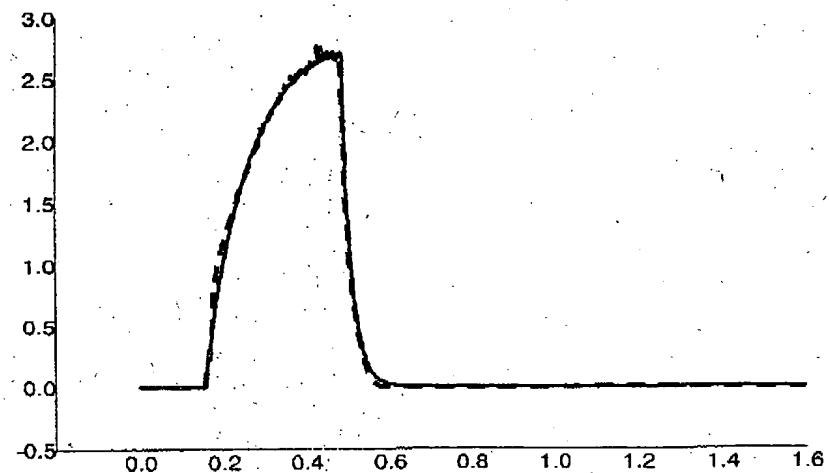


Fig. 3



13.09.2002

- 3 -

Net 2002/03

Fig. 4

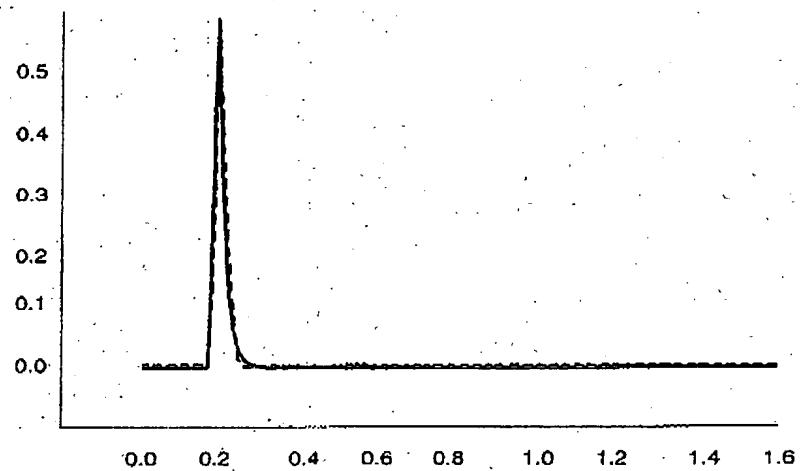


Fig. 5

